



簡便な液体セルによる 亜硫酸ナトリウム水溶液の S K-edge XANES 測定

塚田 千恵

(公財)科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター

キーワード：Na₂SO₃ 水溶液，S K-edge XANES 測定，PP フィルム，加熱シーラー，簡便な液体セル

1. 背景と研究目的

あいちシンクロトロン光センター BL6N1 では、大気圧の He ガス雰囲気下で液体試料を XAFS で測定する場合、ポリプロピレン（PP）のフィルムを加熱シーラーで封止して作製した簡便な液体セルを提供している。この液体セルは加熱して封止するため、化学的に不安定な溶液については化学状態が変化する可能性がある。今回、溶存酸素（DO）測定の 0%校正や食品の酸化防止剤で使われており、容易に亜硫酸イオン（SO₃²⁻）が硫酸イオン（SO₄²⁻）へ酸化される亜硫酸ナトリウム（Na₂SO₃）水溶液について、上記の簡便な液体セルを用いて S K-edge XANES 測定を行ったため、その結果を報告する。

2. 実験内容

DO 測定の 0%校正で用いられる 0.2%（15 mM）の Na₂SO₃ 水溶液^[1]を調製した後、蛍光 X 線分析用の PP フィルム（12 μm）と加熱シーラーで作製した簡便な液体セルに封止した。封止する時、溶液が加熱シーラーの加熱面に接触しないようにしたものと、意図的に接触させたものの 2 種類を準備した。測定試料をサンプルプレートに貼付した後、BL6N1 の He 大気圧チャンバに導入して部分蛍光収量法で S K-edge XANES 測定を行った。入射 X 線エネルギーは BL6N1 備え付けの硫酸カリウム（K₂SO₄）粉末のピークトップを 2481.7 eV に設定して校正した。

3. 結果および考察

Fig.1 に、Na₂SO₃ 水溶液の S K-edge XANES スペクトルを示す。赤線と青線はともに、水溶液の調製直後に液体セルに封止し、調製から約 40 分後に測定を開始した Na₂SO₃ 水溶液のスペクトルである。赤線は溶液が加熱シーラーの加熱面に接触しないようにしたものの、青線は意図的に接触させたものである。それぞれ SO₃²⁻（2477.5 eV）と SO₄²⁻（2481.5 eV）のピークが見られたが、シーラー接触（青線）の方が SO₃²⁻のピーク強度が小さく、一方で SO₄²⁻のピーク強度が大きくなっていた。このことから、加熱シーラーの熱によって SO₃²⁻の酸化が促進されたと考えられる。また、シーラー非接触（赤線）のスペクトルでも SO₄²⁻のピークが見られた要因として、水に溶かす前の Na₂SO₃ 粉末の表面が大気により酸化していたためと考えられる。

4. 参考文献

[1] 株式会社堀場製作所 校正方法とは？

<https://www.horiba.com/jpn/water-quality/support/electrochemistry/qa-do/calibration/1/> (2025 年 10 月 24 日最終閲覧)

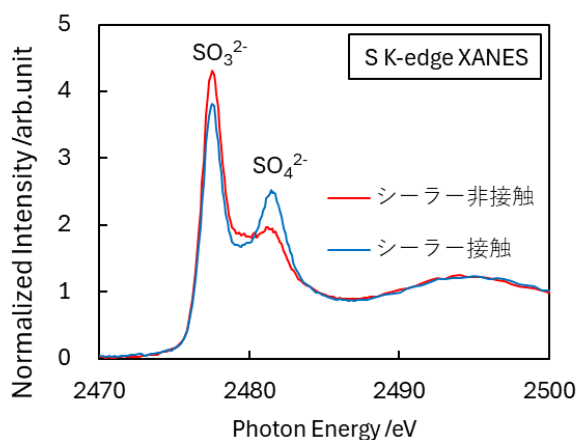


Fig.1 シーラー加熱面への接触有無による Na₂SO₃ 水溶液の S K-edge XANES スペクトル